

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-291629  
(43)Date of publication of application : 07.11.1995

---

(51)Int.CI. C01G 23/04  
A61K 7/02  
A61K 7/42  
B01J 20/06  
C01G 23/053  
C01G 23/07  
C08K 3/22  
C09C 1/36

---

(21)Application number : 06-091697 (71)Applicant : POLA CHEM IND INC  
(22)Date of filing : 28.04.1994 (72)Inventor : NOMURA KOICHI

---

**(54) PRODUCTION OF ULTRAFINE RUTILE-TYPE TITANIUM OXIDE**

**(57)Abstract:**

**PURPOSE:** To provide a method for producing an ultrafine rutile-type titanium oxide having a large specific surface area and extremely small particle diameters.

**CONSTITUTION:** A titanium compound, e.g. titanium alkoxide is evaporated by heating and subjected to thermal cracking in a gaseous phase to form ultrafine amorphous titanium oxide. This is aged in an aqueous solution of an inorganic acid to convert into rutile type.

---

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-291629

(43)公開日 平成7年(1995)11月7日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	府内整理番号	F I	技術表示箇所
C 01 G 23/04	B			
A 61 K 7/02	P			
	7/42			
B 01 J 20/06	A			
C 01 G 23/053				

審査請求 未請求 請求項の数5 OL (全6頁) 最終頁に統く

(21)出願番号 特願平6-91697

(22)出願日 平成6年(1994)4月28日

(71)出願人 000113470

ポーラ化成工業株式会社

静岡県静岡市弥生町6番48号

(72)発明者 野村 浩一

神奈川県横浜市戸塚区柏尾町560ポーラ化

成工業株式会社戸塚研究所内

(74)代理人 弁理士 遠山 勉 (外2名)

(54)【発明の名称】超微粒子状ルチル型酸化チタンの製造方法

(57)【要約】

【目的】比表面積が大きく、粒子径が極めて小さい超微粒子状ルチル型酸化チタンを製造する方法を提供する。

【構成】チタンアルコキシド等のチタン化合物を加熱蒸発させ、これを気相状態下で熱分解することにより超微粒子状アモルファス酸化チタンを生成させ、これを無機酸水溶液中で熟成することによりルチル型に変換する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 超微粒子状アモルファス酸化チタンを、無機酸水溶液中で熟成させることにより超微粒子状ルチル型酸化チタンに変換する方法。

【請求項2】 前記熟成を、100℃を越えない温度で、かつ、相対湿度50%以上の雰囲気下で行うことを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項3】 チタン化合物を加熱蒸発させ、これを気相状態下で熱分解することにより生成する超微粒子状アモルファス酸化チタンを、無機酸水溶液中で熟成することによりルチル型に変換することを特徴とする超微粒子状ルチル型酸化チタンの製造方法。

【請求項4】 前記チタン化合物が、チタンアルコキシド、ハロゲン化チタン及びハロゲン化アルコキシチタンから選ばれることを特徴とする請求項3記載の方法。

【請求項5】 前記熟成を、100℃を越えない温度で、かつ、相対湿度50%以上の雰囲気下で行うことを特徴とする請求項3記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、超微粒子状ルチル型酸化チタンの製造方法に関し、詳しくは、紫外線遮蔽白色顔料、半導体素子材料、樹脂フィルムの滑り改良充填剤などとして有用であるほか、塩基性抗生物質の吸着剤、海水中の炭酸ウラニルの吸着剤、あるいは光触媒としても有用な、比表面積が大きく、粒子径が極めて小さい超微粒子状ルチル型酸化チタンを製造する方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】酸化チタン( $TiO_2$ )は、耐候性に優れ、しかも強い隠蔽力を有しているため、従来より、磁器原料として、あるいは化粧品、医薬品、研磨剤、塗料、ゴム、化織等に広く用いられている。さらに、酸化チタンは光触媒や高誘電体や吸着剤としての性能にも優れていることが知られている。これらの製品においては、その品質上、酸化チタンの形状が微粒子形状であることが望ましいとされるものが多く、これまでに、球状で比表面積が大きく、しかも粒子径が1μm以下と極めて小さい超微粒子状の酸化チタンを製造する方法(特公1-59217号)等が提案されている。

【0003】ところで、非晶質である酸化チタンは、通常、300℃でアナタース型、600℃ではルチル型の結晶質となることが知られている。ルチル型酸化チタンは、アナタース型酸化チタンに比べ、紫外線遮蔽効果や高屈折率などの光学的特性、あるいは絶縁性や高誘電特性といった電気的特性の他に、塩基性抗生物質や海水中の炭酸ウラニル等の吸着剤としての性能にも優れていることが知られている。

【0004】この様なルチル型酸化チタンを製造する方法としては、これまでに、(1)硫酸チタニル溶液の加水分解により得られる含水酸化チタンをアルカリ金属酸

化物で加熱処理し、塩酸水溶液中で加熱熟成した後濾過洗浄を行う方法(特開昭62-235215号)、

(2)四塩化チタン蒸気と酸素ガスと水素ガスを800℃以上で気相反応させる方法(特開平3-252315号)、(3)不活性ガスで希釈した四ハロゲン化チタン、四ハロゲン化ケイ素、四ハロゲン化第二錫混合ガスを400℃以上に保持された加熱反応装置中に導入し反応させる方法(特開昭62-18625号)、(4)チタン溶存酸性水溶液を加熱し加水分解用ルチル型結晶の存在下で加水分解して生成した沈殿を700から900℃で仮焼する方法(特開平2-283617号)等が提案されている。

【0005】しかしながら、酸化チタンのなかでも特に有用性の高い、形状が超微粒子状で且つルチル型の結晶構造を有する酸化チタンを製造するという観点で上記発明を見ると、特公平1-59217号記載の発明では、結晶構造がルチル型ではない点で、また、ルチル型酸化チタンの製造方法(1)(3)の発明においては、製造過程中に粒子成長が起こるため、得られる酸化チタンの

20 粒子径が1μmを越える大きいものであるという点で、さらに、ルチル型酸化チタンの製造方法(2)(4)の発明においては、不定形の粒子しか得られないという点で、それぞれ十分ではないという問題がある。

【0006】上述の様に、超微粒子状ルチル型酸化チタンを製造する方法についての報告は未だになく、その開発が望まれていた。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記観点からなされたものであり、比表面積が大きく、しかも粒子径が極めて小さい超微粒子状のルチル型酸化チタンを製造する方法を提供することを課題とする。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記課題を解決するために銳意研究を重ねた結果、超微粒子状アモルファス酸化チタンを特定の条件で熟成することにより、粒子の成長を起こすことなく粒子形状を維持したまま、結晶構造のみをアモルファスからルチル型に変換することで、超微粒子状ルチル型酸化チタンが得られるこを見出し、本発明を完成するに至った。

40 【0009】すなわち本発明は、超微粒子状アモルファス酸化チタンを、無機酸水溶液中で熟成させることにより超微粒子状ルチル型酸化チタンに変換する方法、及びチタン化合物を加熱蒸発させ、これを気相状態下で熱分解することにより生成する超微粒子状アモルファス酸化チタンを、無機酸水溶液中で熟成することによりルチル型に変換することを特徴とする超微粒子状ルチル型酸化チタンの製造方法である。

【0010】以下、本発明を詳細に説明する。本発明においては、超微粒子状アモルファス酸化チタンを無機酸水溶液中で熟成させることによりルチル型に変換するこ

とを特徴とする。

【0011】超微粒子状アモルファス酸化チタンは、例えばチタン化合物を加熱蒸発させ、気相状態下で熱分解することにより得られる（特公平1-59217号公報）。ここで用いるチタン化合物としては、加熱することにより容易に気化するチタン化合物、例えば、チタンアルコキシド、ハロゲン化チタン、ハロゲン化アルコキシチタン等が挙げられ、これらチタン化合物は、単独で用いてもよく、あるいは2種類以上を組み合わせて用いてもよい。

【0012】上記チタンアルコキシドとしては、例えば、チタンテトラメトキシド、チタンテトラエトキシド、チタンテトラノルマルプロポキシド、チタンテトライソプロポキシド、チタンテトラノルマルブトキシド、チタンテトライソブトキシド、チタンテトラセカンダリブトキシド、チタンテトラターシャリブトキシド、ジエトキシチタンオキサイド等を挙げることができる。

【0013】また、ハロゲン化チタンとしては、例えば、四塩化チタン、四臭化チタン等のテトラハロゲン化チタンが挙げられる。更に、ハロゲン化アルコキシチタンとしては、モノハロゲン化トリアルコキシチタン、例えば、トリイソプロポキシチタンモノクロライド等、ジハロゲン化ジアルコキシチタン、例えば、ジイソプロポキシチタンジクロライド、ジノルマルブトキシチタンジクロライド等、トリハロゲン化モノアルコキシチタンなどを挙げることができる。

【0014】上記チタン化合物の中では、特に四塩化チタン、チタンテトラメトキシド、チタンテトラエトキシド、チタンテトライソブトキシドが本発明には好ましく用いられる。

【0015】次に、上記チタン化合物を用いて超微粒子状アモルファス酸化チタンを製造する方法を例示する。まず、チタン化合物を加熱して蒸発させる。チタン化合物を蒸発、すなわち気化させる方法としては、種々の方法が挙げられる。例えば、チタン化合物をケミカルポンプにより気化器に送り込み、そこでこのチタン化合物を加熱しノズル噴出するか、またはグラスウールなど表面積の大きな充填物上で蒸発させる。この時の加熱温度は、チタン化合物の沸騰点または沸騰点より僅かに低い温度が好ましい。沸騰点より高い温度でチタン化合物を蒸発させると、得られる酸化チタン粒子の比表面積、粒子径等が不均一なものとなることがある。

【0016】また、別の方法として、チタン化合物を完全に密閉できるガラスのフラスコに注入し、次いでフラスコ内を十分に減圧した後、徐々に加熱してチタン化合物を蒸発させる方法を挙げることもできる。この場合、減圧下での蒸発であるので、加熱温度は、大気圧下での蒸発の時よりかなり低い温度であることが好ましく、チタン化合物の突沸を防止するためには、若干の経験則が必要とされる。

【0017】次に、上記のようにして得られた気相状態のチタン化合物を熱分解して、超微粒子状酸化チタンを得る。熱分解の温度は、好ましくは、150～350℃、更に好ましくは250～300℃である。熱分解温度が150℃より低いと十分な熱分解速度が得られず、また、350℃より高いと、得られる酸化チタンの粒子径が大きくなるばかりか、結晶化してしまいアモルファス状態を保てないことがある。

【0018】ここで、最終的に得られる超微粒子ルチル型酸化チタンの粒子径は、上記チタン化合物の熱分解の段階における熱分解温度によりほぼ決定される。超微粒子酸化チタンとして好ましい粒子径は、用途により多様であるが、概ね1μm以下であり、更に用途によっては0.5μm以下の粒子径あるいはそれ以下の粒子径のものが好ましい場合もある。

【0019】上述のように、本発明の製造条件では熱分解温度は150～350℃に設定されており、この範囲で熱分解を行えば、生成する超微粒子酸化チタンの粒子径は1μm以下のものが得られる。更に、熱分解温度を調整することにより、粒子径を制御することができる。例えば、分解温度を300℃に設定すれば、得られる超微粒子酸化チタンの平均粒子径を0.05～0.5μmとすることができ、また、分解温度を250℃に設定すれば、得られる超微粒子酸化チタンの平均粒子径を0.02～0.3μmとすることができる。

【0020】加熱蒸発と熱分解とは同一装置内で行ってもよく、異なる装置内で行ってもよく、その場合には、加熱蒸発用の気化器で気化したチタン化合物は気相状態のまま、必要に応じてキャリアーガス等を用いて、熱分解のための、例えば、円筒または角筒などの筒状炉で外部から加熱する形式の熱分解炉に移送される。

【0021】キャリアーガスを用いる場合には、例えば、気化器にキャリヤーガスを送り込み気相のチタン化合物の濃度を0.1～10v/o1%にして、上記温度150～350℃に設定した熱分解炉に移送し、流速1～100cm/s e c、滞留時間0.1～10秒で熱分解炉を通過させるとよい。また、この時、熱分解炉にはチタン化合物の分解反応を促進させるために、キャリアーガス等を用いて適量の水蒸気を導入する、例えば、蒸留水中でバーリングさせたキャリアーガスを導入する、または、飽和水蒸気で満たされたガラス容器中を通したキャリアーガスを導入することもできる。

【0022】キャリアーガスとしては、例えば、ヘリウムガス、アルゴンガス、窒素ガスなどの不活性ガスや酸素ガスなどが挙げられ、これらを単独あるいは混合して使用することができる。また、チタン化合物用のキャリアーガスとして用いる気体の水分含有量は、5v/o1%以下であることが好ましい。キャリアーガス中の水分含有量が5v/o1%を越えると、気相のチタン化合物が加水分解され酸化物粉体となり、結果として熱分解炉への

移送が著しく困難になることがある。このため、キャリアーガスとして用いる気体を、使用する前に、乾燥剤（例えば商品名SICAPENT(MERCK社製)）を充填したガラスまたはプラスチックス製のカラム管に通すことが好ましい。

【0023】更に、上述の様にして得られる超微粒子状酸化チタンを、必要に応じてメンプランフィルター、濾紙などで濾過してフィルター表面上に捕集してもよい。また、この時、粒子同士の凝集を防いでより粒子径の小さなものとするために冷却しながら捕集を行うこともできる。

【0024】上記の様にして得られる超微粒子状酸化チタンは主としてアモルファスであり、これを無機酸水溶液中で熟成させることにより、ルチル型酸化チタンに変換することができる。

【0025】酸化チタン超微粒子の形状を維持したままルチル型に変換するには、無機酸水溶液中で超微粒子状酸化チタンを熟成させればよい。熟成に用いる無機酸水溶液としては、塩酸、硫酸、硝酸等の無機酸の水溶液が挙げられるが、その中でも特に塩酸が好ましい。水溶液の濃度は、特に制限されないが、10～70重量%が適当である。

【0026】熟成は、通常100℃を越えない温度、好ましくは40～80℃、さらに好ましくは45～65℃の温度で、且つ相対湿度が50%以上、好ましくは65%以上の雰囲気下で行う。熟成温度が100℃を越えるとルチル型酸化チタンの粒子成長が促進され一次粒子径が1μm以上になることがある。また、相対湿度が50%未満では、ルチル型に変換するためのエネルギーが不足し、結晶型はアナタース型またはアナタース/ルチルの混相になることがある。また、熟成に要する時間は、原料に用いるチタン化合物によっても異なるが、通常24～600時間程度でアモルファスからルチル型に変換される。

【0027】また、熟成の間、超微粒子状酸化チタンの水溶液中でのケーキングを防ぐために、汎用の攪拌器または振盪器で水溶液の攪拌または振盪を行ってもよい。上述の様にして得られる超微粒子状ルチル型酸化チタンは、必要に応じて、メンプランフィルター、濾紙などで濾過して回収し、蒸留水などを用いて十分洗浄した後、100℃を越えない温度、好ましくは80℃以下で熱風乾燥してもよい。

【0028】この様にして、本発明の製造方法により得られる酸化チタンは、結晶構造がルチル型であり、粒子径が1μm以下と極めて小さい超微粒子状であり、しかも、比表面積が100～300m<sup>2</sup>/g (BET法) と非常に大きいものである。

【0029】このような性質を有する超微粒子状ルチル型酸化チタンは、紫外線遮蔽白色顔料、半導体素子材料、樹脂フィルムの滑り改良充填剤などとして有用である。

るほか、塩基性抗生物質の吸着剤、海水中の炭酸ウラニルの吸着剤、あるいは光触媒としても有用である。

【0030】

【実施例】以下に、本発明の実施例を説明する。

【0031】

【実施例1】200℃に加熱したグラスウールを充填した気化器に、ケミカルポンプを用いてチタンテトライソプロポキシド (Ti(OCH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>) を流速0.1cm<sup>3</sup>/分で送り込み、グラスウールに接触させて蒸発させた。これと並行して、気化器にヘリウムガスを導入し、ガス中の気相チタンテトライソプロポキシド濃度が1.0v0.1%となるようにして、300℃に加熱した熱分解炉に移送した。

【0032】さらに、キャリアーガスとしてヘリウムガスを滞留時間が1秒となるように流速50cm/秒で熱分解炉に導入した。熱分解炉中で酸化されることにより生じた超微粒子状酸化チタンをメンプランフィルターを用いて濾別し、フィルター上に捕集した。

【0033】次いで、このようにして得られた超微粒子状アモルファス酸化チタンを、浸漬するのに十分な量の20重量%の塩酸水溶液に浸漬し、プログラム式恒温恒湿器に入れ、温度60℃、相対湿度80%で、磁石式攪拌装置を用いて連続的な攪拌を加えつつ、72時間の熟成を行った。熟成終了後、耐酸性の濾紙を用いてこの溶液を濾過し、濾紙上に捕集された超微粒子状酸化チタンを蒸留水で洗浄し、さらに70℃の温風乾燥器内で熱風乾燥した。

【0034】得られた超微粒子状酸化チタンの結晶型がルチル型であることを、X線回折（照射：Cu-K $\alpha$ 、波長：1.5418オングストローム）により確認した。

【0035】

【実施例2】130℃に加熱したグラスウールを充填した気化器に、ケミカルポンプを用いて、四塩化チタン (TiCl<sub>4</sub>) を流速0.5cm<sup>3</sup>/分で送り込みグラスウールに接触させて蒸発させた。これと並行して、気化器に窒素ガスを導入し、ガス中の気相四塩化チタン濃度が2.0v0.1%となるようにして、250℃に加熱した熱分解炉に移送した。

【0036】さらに、キャリアガスとして窒素ガスを滞留時間が2.5秒となるように流速20cm/秒で熱分解炉に導入した。熱分解炉中で酸化されることにより生じた超微粒子状酸化チタンをメンプランフィルターを用いて濾別し、フィルター上に捕集した。このとき、メンプランフィルター及びフィルターホルダーは、超微粒子状酸化チタンの凝集を防ぐために十分に冷却した。

【0037】次いで、このようにして得られた超微粒子状アモルファス酸化チタンを、浸漬するのに十分な量の50重量%の硝酸水溶液に浸漬し、プログラム式恒温恒湿器に入れ、温度40℃、相対湿度70%で、モーター

式搅拌バネ付き搅拌器（商品名スリーワンモーター）を用いて連続的な搅拌を加えつつ、150時間の熟成を行った。熟成終了後、耐酸性の濾紙を用いてこの溶液を濾過し、濾紙上に捕集された超微粒子状ルチル型酸化チタンを蒸留水で洗浄し、さらに80℃の温風乾燥器内で熱風乾燥した。

【0038】得られた超微粒子状酸化チタンの結晶型がルチル型であることは、X線回折（照射：Cu-K $\alpha$ 、波長：1.5418オングストローム）により確認された。

#### 【0039】

【実施例3】150℃に加熱したグラスウールを充填した気化器に、ケミカルポンプを用いて、チタンテトラエトキシド（Ti(O<sub>2</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>）を流量1.0cm<sup>3</sup>/分で送り込みグラスウールに接触させて蒸発させた。これと並行して、気化器に酸素ガスを導入し、ガス中の気相チタンテトラエトキシド濃度が5.0vo1%となるようにして、350℃に加熱した熱分解炉に移送した。

【0040】さらに、キャリアガスとして酸素ガスを滞留時間が0.67秒となるように流速75cm/秒で熱分解炉に導入した。熱分解炉中で酸化されることにより生じた超微粒子状酸化チタンをメンブランフィルターを用いて濾別し、フィルター状に捕集した。

【0041】次いで、このようにして得られた超微粒子状アモルファス酸化チタンを、浸漬するのに十分な量の30重量%の硫酸水溶液に浸漬し、プログラム式恒温恒湿器に入れ、温度55℃、相対湿度65%で、磁石式搅拌装置を用いて連続的な搅拌を加えつつ、240時間の熟成を行った。熟成終了後、耐酸性の濾紙を用いてこの溶液を濾過し、濾紙上に捕集された超微粒子状ルチル型酸化チタンを蒸留水で洗浄し、さらに70℃の温風乾燥器内で熱風乾燥した。

【0042】得られた超微粒子状酸化チタンの結晶型がルチル型であることを、X線回折（照射：Cu-K $\alpha$ 、波長：1.5418オングストローム）により確認した。

#### 【0043】

【比較例1】汎用の市販の超微粒子状アナース型酸化チタン（商品名Titanium Dioxide P-25（日本エロジル社製））を、浸漬するのに十分な量の20重量%の塩酸水溶液中に浸漬し、プログラム式恒温恒湿器に入れ、温度65℃、相対湿度80%で、磁石式搅拌装置を用いて連続的な搅拌を加えつつ、72時間の熟成を行った。熟成終了後、耐酸性の濾紙を用いてこの溶液を濾過し、濾紙上に捕集された超微粒子状酸化チタンを蒸留水で洗浄し、さらに70℃の温風乾燥器内で熱風乾燥した。

【0044】こうして得られた超微粒子状酸化チタンの結晶型を、X線回折（照射：Cu-K $\alpha$ 、波長：1.5418オングストローム）により確認したところアナース型であった。

#### 【0045】

【比較例2】130℃に加熱したグラスウールを充填した気化器に、ケミカルポンプを用いて、四塩化チタン（TiCl<sub>4</sub>）を流速0.5cm<sup>3</sup>/分で送り込みグラスウールに接触させて蒸発させた。これと並行して、気化器に窒素ガスを導入し、ガス中の気相四塩化チタン濃度が2.0vo1%となるようにして、250℃に加熱した熱分解炉に移送した。

【0046】さらに、キャリアガスとして窒素ガスを滞留時間が2.5秒となるように流速20cm/秒で熱分解炉に導入した。熱分解炉中で酸化されることにより生じた超微粒子状酸化チタンをメンブランフィルターを用いて濾別し、フィルター上に捕集した。このとき、メンブランフィルター及びフィルターホルダーは、超微粒子状酸化チタンの凝集を防ぐために十分に冷却した。

【0047】次いで、こうして得られた超微粒子状酸化チタンを、浸漬するのに十分な量の20重量%の水酸化ナトリウム水溶液に浸漬し、プログラム式恒温恒湿器に入れ、温度60℃、相対湿度80%に設定し、モーター式搅拌バネ付き搅拌器（商品名スリーワンモーター）を用いて連続的な搅拌を加えつつ、72時間の熟成を行った。熟成終了後、耐酸性の濾紙を用いてこの溶液を濾過し、濾紙上に捕集された超微粒子状ルチル型酸化チタンを蒸留水で洗浄し、さらに70℃の温風乾燥器内で熱風乾燥した。

【0048】こうして得られた超微粒子状酸化チタンをX線回折（照射：Cu-K $\alpha$ 、波長：1.5418オングストローム）により解析したところ、アモルファスであった。

#### 【0049】

【比較例3】特開平2-283617号記載の方法すなわちチタン溶存酸性水溶液を加熱し加水分解用ルチル型結晶の存在下で加水分解して生成した沈殿を700から900℃で仮焼する方法で得られた酸化チタンを比較のために用いた。

【0050】まず、TiO<sub>2</sub>に換算した含有量が200g/Lである四塩化チタン水溶液を20℃に保持しながら水酸化ナトリウムを添加し、中和により析出したコロイド状沈殿を70℃で2時間熟成して加水分解用ルチル型結晶を得た。

【0051】四塩化チタンの200g/L水溶液に上記加水分解用ルチル型結晶を四塩化チタン水溶液のチタンに対して8モル%のチタンを含む割合で存在させ75℃で2時間加水分解して水和酸化チタンを沈殿させた。この様にして加水分解によって生成した含水二酸化チタン沈殿についてデカンテーションを2回行って水洗し、次いで濾過した。この沈殿ケーキを脱水した後、780℃で2時間仮焼した。

【0052】こうして得られた超微粒子状酸化チタンの結晶型を、X線回折（照射：Cu-K $\alpha$ 、波長：1.5418オングストローム）により確認したところアナース型であった。

418オングストローム)により解析したところ、ルチル型であった。

【0053】<超微粒子状酸化チタンの結晶解析>上記の各実施例及び比較例で得られた超微粒子状酸化チタンの粒子形状及び粒子径を、走査型電子顕微鏡(SEM) \*

【表1】

\*観察により測定し、比表面積をBET法により測定した。結果を、X線回折による解析結果と併せて表1に示す。

【0054】

	結晶型	粒子径 ( $\mu\text{m}$ )	比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
実施例1	ルチル型	< 0.5	180
実施例2	ルチル型	< 0.5	270
実施例3	ルチル型	< 0.5	105
比較例1	アナタース型	< 0.5	55
比較例2	アモルファス	< 0.5	170
比較例3	ルチル型	2.0 <	40

【0055】この結果から明らかのように、本発明により、粒子径  $1\text{ }\mu\text{m}$  以下、比表面積  $100\sim300\text{ m}^2/\text{g}$  であり、且つ結晶型がルチル型の超微粒子状酸化チタンを得ることができる。

【0056】

【発明の効果】本発明により、比表面積が大きく、しかも粒子径が極めて小さい超微粒子状ルチル型酸化チタンを製造することができる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	府内整理番号	F I	技術表示箇所
C 01 G 23/07				
C 08 K 3/22	K A E			
C 09 C 1/36	P A U			